

BUNDESREPUBLIK
 DEUTSCHLAND

Offenlegungsschrift DE 197 51 434 A 1



(5) Int. Cl.⁶: C 09 D 5/18

C 09 D 7/12 C 09 K 21/00 C 08 K 5/521



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

(2) Aktenzeichen: 197 51 434.0
 (2) Anmeldetag: 20. 11. 97
 (3) Offenlegungstag: 29. 7. 99

(1) Anmelder:

Clariant GmbH, 65929 Frankfurt, DE

(7) Erfinder:

Pomrehn, Bernd, Dipl.-Chem.Dr., 90607 Rückersdorf, DE; Arnsmann, Guido, 50354 Hürth, DE; Pirig, Wolf-Dieter, 53879 Euskirchen, DE

(56) Entgegenhaltungen:

DE 43 43 66 A EP 05 56 350 B1

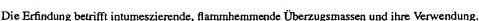
Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- (54) Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen
- 5) Die Erfindung betrifft intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen, enthaltend 10 bis 150 Gewichtsteile einer wäßrigen Kunstharzdispersion und 10 bis 80 Gewichtsteile einer Mischung aus mindestens zwei verschiedenen Phosphorsäurepartialestern.







Bekannt sind flammwidrige Überzugsmassen auf der Basis von lösemittelhaltigen Bindemitteln, die als flammwidrige Komponente Chlorparaffine enthalten (Bhatnagar und Vergnaud in: "Fire Safety Journal" 4(3), 163-7 und "Paintindia" 32 (1) 3-6, 14; 1982).

Nachteil dieser Systeme ist, daß während der Trocknung Lösungsmitteldämpfe abgegeben werden, und im Brandfall korrosive und toxische halogenhaltige Brandgase freigesetzt werden.

Aus der US-PS 4 166 743 sind aufblähbare Überzugsmassen bekannt, welche aus einem Filmbildner, einem Ammoniumpolyphosphat, mindestens einer bei Hitzeeinwirkung carbonisierenden Substanz, einem Dispergiermittel, einem Kristallwasser aufweisenden Salz, einem Treibmittel und gegebenenfalls Füllstoffen bestehen. Dabei können als Filmbildner wäßrige Dispersionen aus Polyvinylacetat oder aus einem Copolymerisat aus Vinylacetat und Dibutylmaleinat verwendet werden, während als carbonisierende Substanz Dicyandiamid, Pentaerythrit oder Melamin geeignet sind. Als Dispergiermittel kommen neben Wasser Ethylacetat, Butylacetat, Xylol oder Toluol in Frage, während als Treibmittel Chlorparaffine Verwendung finden.

Nach Troitzsch ("International Plastics Flammability Handbook", 2. Auflage, Oxford University Press, New York, 1990, Seiten 52 und 53) sind typische Vertreter für carbonisierende Substanzen Pentaerythrit und Stärke, während Guanidine, Melamin und Chlorparaffine den Treibmitteln zuzuordnen sind.

Nachteilig ist bei den vorgenannten aufblähbaren Überzugsmassen, daß sie im Treibmittel und/oder in der bei Hitzeeinwirkung carbonisierenden Substanz organisch gebundenes Halogen enthalten, wodurch bei der Zersetzung der Überzugsmassen korrosive und toxische Gase freigesetzt werden.

Weiterhin beschreibt die DE 43 43 668 A1 aufblähbare, flammhemmende Überzugsmassen, welche aus einem filmbildenden Bindemittel, Ammoniumpolyphosphat, mindestens einer bei Hitzeeinwirkung carbonisierenden Substanz, einem Treibmittel und ggf. Dispergiermittel und Füllstoffen bestehen.

5 Die DE 43 43 669 A1 beschreibt ähnlich zusammengesetzte aufblähbare, flammhemmende Überzugsmassen, die jedoch kein Ammoniumpolyphosphat enthalten.

Mit den vorliegenden Systemen werden jedoch nur kurze, nicht ausreichende Standzeiten erreicht.

Vorgeschlagen wurden auch wasserbasierende, flammwidrige Überzugsmassen, in denen Phosphorsäurepartialester auf der Basis von Polyolen als Säurespender und carbonisierende Substanzen wirken (EP 0 556 350 B1).

Der Nachteil hierbei ist, daß Phosphorsäurepartialester auf der Basis von Polyolen großtechnisch nur sehr aufwendig herzustellen sind und somit in größeren Mengen nicht zur Verfügung stehen. Darüber hinaus sind mit den vorliegenden Systemen nur Standzeiten im Minutenbereich zu erreichen.

Schließlich beschreibt die EP 0 417 490 B1 Phosphorsäureester und deren Salze, diese enthaltenden Lacke und Formmassen, die Verwendung dieser Phosphorsäureester und deren Salze als Dispergiermittel und die damit beschichteten Feststoffe.

Insgesamt ergeben sich aus dem Stand der Technik entweder Formulierungen, die halogenhaltig sind und somit im Brandfall toxische und korrosive Gase freisetzen. Bei den halogenfreien Systemen sind die Standzeiten sehr kurz und es wird teilweise keine ausreichende Härtung der Produkte erreicht. Bei einigen Systemen bestehen auch Probleme bei der technischen Herstellung, bei anderen ist die Anwendungsbreite gering.

Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, intumeszierende Überzugsmassen zur Verfügung zu stellen, die halogenfrei sind und ausreichende Standzeiten zeigen sowie ausgehärtete Produkte ohne Zugabe weiterer (Härter)Substanzen bilden.

Diese Aufgabe wird gelöst durch intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen der eingangs beschriebenen Art, enthaltend

45 10 bis 150 Gewichtsteile einer wäßrigen Kunstharzdispersion und

10 bis 80 Gewichtsteile einer Mischung aus mindestens zwei verschiedenen Phosphorsäurepartialestern.

Bevorzugt enthalten die intumeszierenden, flammhemmenden Überzugsmassen

50 bis 90 Gewichtsteile einer wäßrigen Kunstharzdispersion,

20 bis 60 Gewichtsteile einer Mischung aus mindestens zwei verschiedenen Phosphorsäurepartialestern und

1 bis 80 Gewichtsteile weitere Inhaltsstoffe.

55

Bevorzugt ist eine Mischung aus 3 verschiedenen Phosporpartialsäureestern enthalten.

Besonders bevorzugt ist eine Mischung aus 4 verschiedenen Phosphorsäurepartialestern enthalten.

Insbesondere besteht die intumeszierende, flammhemmende Überzugsmasse aus

- a) einer Mischung aus einem Phosphorsäuremonoalkylester und einem Phosphorsäuredialkylester mit gleicher Alkylgruppe und
 - b) einer Mischung aus einem Phosphorsäuremonoalkylester und einem Phosphorsäuredialkylester mit gleicher, aber zu a) unterschiedlicher Alkylgruppe.
- Bevorzugt handelt es sich bei den Phosphorsäurepartialestern um Phosphorsäuremonomethylester, Phosphorsäuremonoethylester, Phosphorsäuremonobutylester, Phosphorsäuremonobutylester, Phosphorsäuremonobutylester, Phosphorsäuremonobutylester, Phosphorsäuremonobutylester, Phosphorsäuremonobetylester, Phosphorsäuremonobetylester, Phosphorsäuremonoctylester, Phosphorsäuremonoctylester, Phosphorsäuredipropylester, Phosphorsäurediisopropylester, Phosphorsäuredibutylester, Phosphorsäurediisopropylester, Phosphorsäuredibutylester, Phosphorsäurediisobutylester, Phosphorsäuredipentylester, Phosphorsäurediethylester, Phosphorsäurediethylester, Phosphorsäurediethylester, Phosphorsäurediethylester, Phosphorsäurediethylester, Phosphorsäurediethylenglycolester und Gemische derselben.

Bevorzugt handelt es sich bei der wäßrigen Kunstharzdispersion um eine stickstoffhaltige Kunstharzdispersion.



10

20

25

45

50

55

60

65

Bevorzugt handelt es sich bei der wäßrigen Kunstharzdispersion um ein Melamin- und/oder Harnstoff-Formaldehyd-

Besonders bevorzugt handelt es sich bei der wäßrigen Kunstharzdispersion um ein verethertes Melamin- und/oder Harnstoff-Formaldehyd-Harz.

Die vorgenannten erfindungsgemäß verwendeten Melaminharze sind üblicherweise Umsetzungsprodukte von Melamin mit Formaldehyd in einem Molverhältnis von 1:1 bis 1:6 (Melamin: Formaldehyd).

Die Melamin-Formaldehyd-Harze können auch mit Alkoholen, Kettenlänge 1-20 C-Atome, bevorzugt 1-4 C-Atome, verethert sein.

Bevorzugt handelt es sich bei den weiteren Inhaltsstoffen um Dispergiermittel, Füllstoffe, Härter, Thixotropierungsmittel, Weichmacher, Säurespender, weitere Flammschutzmittel, Oberflächenhilfsmittel und/oder Binder.

Unter Farbmittel im Sinne der Erfindung sind solche zu verstehen, wie sie beispielsweise in Römpp's Chemie Lexikon, 9. Auflage 1992, Seite 1237 genannt sind. Hierunter fallen anorganische und organische, natürliche und synthetische Farbmittel, m.a.W. Pigmente und Farbstoffe.

Ohne den Einsatz von Farbmitteln sind die erfindungsgemäßen, intumeszierenden flammhemmenden Überzugsmassen üblicherweise klar (transparent). Durch Zugabe von Füllstoffen, insbesondere Talkum und andere lassen sich die Überzugsmassen auch trüb einstellen. Ebenso ist es möglich, durch Wahl eines geeigneten Farbmittels, insbesondere den anorganischen Pigmenten, im Trockenzustand gefärbte, bevorzugte weiße intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen herzustellen.

Besonders bevorzugt handelt es sich bei den weiteren Inhaltsstoffen um Thixotrophierungsmittel und/oder Füllstoffe. Bevorzugt handelt es sich bei den Phosphorsäurepartialestern um solche der Formel

 $\begin{array}{c}
O - R^{T} \\
O = P - OH \\
O - R^{2}
\end{array}$

in der R¹ und R² gleich oder verschieden sind und H, CH₃, C₂H₅, C₃H₇, C₄H₉, C₅H₁₁, C₆H₁₃, C₈H₁₆ und/oder CH₂-CH₂-OH bedeuten, und R¹ und R² nicht gleichzeitig Wasserstoff sind.

Die erfindungsgemäße Mischung von mindestens zwei verschiedenen Phosphorsäurepartialestern besteht üblicherweise aus 2 bis 98 Gew.-% eines Phosphorsäurepartialesters und 98 bis 2 Gew.-% eines hiervon unterschiedlichen Phosphorsäurepartialesters.

Bevorzugt werden 10 bis 90 Gew.-% des einen und 90 bis 10 Gew.-% des anderen Phosphorsäurepartialesters eingesetzt.

Bei den Mischungen aus 3 verschiedenen Phosphorsäurepartialestern betragen die Verhältnisse üblicherweise (2 bis 98): (4 bis 96) (4 bis 96) Gew.-%.

Bei den Mischungen aus 4 verschiedenen Phosphorsäurepartialestern beträgt das Verhältnis von Mischung a) zu Mischung b) (98 bis 2): (2 bis 98) Gew.-% und bevorzugt (10 bis 90): (90 bis 10) Gew.-%. Für die Mischung innerhalb a) bzw. b) ist das Verhältnis Phosphorsäuremonoalkylester zu Phosphorsäuredialkylester (2 bis 98): (98 bis 2) Gew.-%, bevorzugt (10 bis 90): (90 bis 10 Gew.-%).

Als Dispergiermittel für Feststoffe können beispielweise Phosphorsäuremonopolyethylenglycolalkylester, Phosphorsäuremonopolyethylenglycolarylester, Phosphorsäuredipolyethylenglycolalkylester und/oder Phosphorsäuredipolyethylenglycolarylester und Gemische derselben eingesetzt werden.

Der Phosphorgehalt der intumeszierenden, flammhemmenden Überzugsmassen beträgt nach der Aushärtung 1 bis 15 Gew.-%.

Bevorzugt beträgt der Phosphorgehalt der intumeszierenden, flammhemmenden Überzugsmassen beträgt nach der Aushärtung 4 bis 10 Gew.-%.

Die Erfindung betrifft auch die Verwendung der erfindungsgemäßen zur Herstellung von Beschichtungen auf Gegenständen aus Holz, Kunststoffen, Baustoffen, Cellulosematerialien, Gummi und Metall und zur Imprägnierung von Textilien und Ledern.

Die Erfindung wird durch die nachstehenden Beispiele erläutert, bei denen die folgenden Substanzen verwendet wurden.

[®]Maprenal MF 920

Bei [®]Maprenal MF 920 (Vianova Resins) handelt es sich um ein nichtplastifiziertes, methylverethertes Melamin-Formaldehyd-Harz.

[®]Maprenal VMF 3921 w

Bei [®]Maprenal VMF 3921 w (Vianova Resins) handelt es sich um ein nichtplastifiziertes methyl-verethertes Melamin-Formaldehyd-Harz.

*Plastopal BTW

Es handelt sich um ein elastisches, urethangruppenhaltiges, methanolverethertes Harnstoff-Formaldehyd-Harz (Hersteller: BASF).

*Knapsack Phosphorsäureester MDE

Es handelt sich um eine Mischung aus einem Phosphorsäuremonoethylester und einem Phosphorsäurediethylester.

Knapsack Phosphorsäureester MDIP

Es handelt sich um eine Mischung aus einem Phosphorsäuremonoisopropylester und einem Phosphorsäurediisopropylester.

Knapsack Phosphorsäureester 122

Es handelt sich um eine Mischung aus einem Phosphorsäuremonopolyethylenglycolalkylester und einem Phosphorsäuredipolyethylenglycolalkylester (Dispergiermittel).

Knapsack Reinigerkomponente MIS

Es handelt sich um eine Mischung aus Phosphorsäuremonoisopropylester, Phosphorsäuremonomethylester und Phosphorsäure.

Knapsack Phosphorsäureester MOE

Es handelt sich um eine Mischung aus Monoethylphosphorsäureester und Phosphorsäure.

Knapsack Reinigerkomponente MS

Es handelt sich um Monomethylphosphorsäureester.

5

10

15

20

25

35

55

Knapsack Phosphorsäureester MDB

Es handelt sich um eine Mischung aus Monobutyl- und Dibutylphosphorsäureester.

Die vorgenannten Handelsprodukte ®Knapsack Phosphorsäureester bzw. ®Knapsack Reinigerkomponente werden von der Clariant GmbH, Werk Knapsack hergestellt.

Mistrofil 500

Es handelt sich um ein handelsübliches Talkum.

Aerosil R 816

40 Es handelt sich um pyrogene Kieselsäure der Fa. Degussa AG.

Die verschiedenen Komponenten wurden in der in den Beispielen angegebenen Reihenfolge miteinander vermischt, auf Kiefernholz bzw. Spanplatte aufgetragen, getrocknet und ihr Intumeszenzverhalten bestimmt. Die Reihenfolge der Auftragung der Komponenten kann beliebig erfolgen, dies hängt von der gewünschten Schichtdicke und anderen Bedingungen (Viskosität, Untergrund, Standzeit etc.) ab.

Weitere Substanzen sind ggf. in den jeweiligen Beispielen erklärt.

Die gemäß den nachfolgenden Beispielen erhaltenen Überzugsmassen sind klar, glatt und rißfrei. Die Standzeit beträgt im Mittel mehr als 24 Stunden. Nach weniger als 24 Stunden (im Mittel) ist die applizierte Überzugsmasse klebfrei und hart. In Brandprüfungen dieser Rezepturen auf Kiefernholz und Spanplatte wurden B1 und B2 erreicht.

50 Beispiel 1

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

25 Gewichtsteile einer Mischung aus 90 Gew.-% ®Knapsack Phosphorsäureester MOE und 10 Gew.-% ®Knapsack Reinigerkomponente MS.

Beispiel 2

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

24,8 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MOE und 20 Gew.-% *Knapsack Reinigerkomponente MS.

Beispiel 3

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

5 24,9 Gewichtsteile einer Mischung aus 70 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MOE und 30 Gew.-% *Knapsack Reinigerkomponente MS.

Eine Wiederholung der Beispiele 1 bis 3 mit 60 Gewichtsteile Maprenal VMF 3921 w anstatt 68 Gewichtsteile Ma-



Beispiel 4

68 Gewichtsteile [®] Maprenal MF 920 24,9 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew% [®] Knapsack Phosphorsäureester MOE und 20 Gew% [®] Knapsack Reinigerkomponente MIS.	5
Beispiel 5	
68 Gewichtsteile [®] Maprenal MF 920 24,8 Gewichtsteile einer Mischung aus 70 Gew% [®] Knapsack Phosphorsäureester MOE und 30 Gew% [®] Knapsack Reinigerkomponente MIS.	10
Beispiel 6	15
68 Gewichtsteile [®] Maprenal MF 920 24,9 Gewichtsteile einer Mischung aus 90 Gew% [®] Knapsack Phosphorsäureester MOE und 10 Gew% [®] Knapsack Reinigerkomponente MIS.	20
Eine Wiederholung der Beispiele 4 bis 6 mit 60 Gewichtsteile [®] Maprenal VMF 3921 w anstatt 68 Gewichtsteile [®] Maprenal MF 920 lieferte analoge Ergebnisse.	20
Beispiel 7	25
68 Gewichtsteile Maprenal MF 920 26,1 Gewichtsteile einer Mischung aus 90 Gew% Knapsack Phosphorsäureester MOE und 10 Gew% Knapsack Phosphorsäureester MDIP.	20
Beispiel 8	30
68 Gewichtsteile Maprenal MF 920 26,4 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew% Knapsack Phosphorsäureester MOE und 20 Gew% Knapsack Phosphorsäureester MDIP.	35
Beispiel 9	33
68 Gewichtsteile Maprenal MF 920 28,7 Gewichtsteile einer Mischung aus 70 Gew% Knapsack Phosphorsäureester MOE und 30 Gew% Knapsack Phosphorsäureester MDIP.	40
Beispiel 10	
68 Gewichtsteile Maprenal MF 920 26,4 Gewichtsteile einer Mischung aus 90 Gew% Knapsack Phosphorsäureester MOE und 10 Gew% Knapsack Phosphorsäureester MDB.	45
Beispiel 11	
68 Gewichtsteile Maprenal MF 920 27,9 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew% Knapsack Phosphorsäureester MOE und 20 Gew% Knapsack Phosphorsäureester MDB.	50
Beispiel 12	
68 Gewichtsteile ®Maprenal MF 920 29,6 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew% ®Knapsack Phosphorsäureester MOE und 20 Gew% ®Knapsack Phosphorsäureester MDB.	55
Eine Wiederholung der Beispiele 7 bis 12 mit 60 Gewichtsteile [®] Maprenal VMF 3921 w anstatt 68 Gewichtsteile [®] Maprenal MF 920 lieferte analoge Ergebnisse.	60
Beispiel 13	
68 Gewichtsteile Maprenal MF 920 24,3 Gewichtsteile einer Mischung aus 90 Gew% Knapsack Reinigerkomponente MS und 10 Gew% Knapsack Reinigerkomponente MIS.	65

Beispiel 14

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

24,4 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew.-% *Knapsack Reinigerkomponente MS und 20 Gew.-% *Knapsack Reinigerkomponente Nils.

Beispiel 15

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

24,3 Gewichtsteile einer Mischung aus 70 Gew.-% [®]Knapsack Reinigerkomponente MS und 30 Gew.-% [®]Knapsack Reinigerkomponente MIS.

Beispiel 16

15 68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

25,5 Gewichtsteile einer Mischung aus 90 Gew.-% *Knapsack Reinigerkomponente MS und 10 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MDIP.

Beispiel 17

20

30

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

26,7 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew.-% *Knapsack Reinigerkomponente MS und 20 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MDIP.

25 Beispiel 18

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

28,0 Gewichtsteile einer Mischung aus 70 Gew.-% *Knapsack Reinigerkomponente MS und 30 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MDIP.

Beispiel 19

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

25,7 Gewichtsteile einer Mischung aus 90 Gew.-% Knapsack Reinigerkomponente MS und 10 Gew.-% Knapsack Phosphorsäureester MDB.

Beispiel 20

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

40 27,2 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew.-% *Knapsack Reinigerkomponente MS und 20 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MDB.

Beispiel 21

45 68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

29,0 Gewichtsteile einer Mischung aus 70 Gew.-% *Knapsack Reinigerkomponente MS und 30 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MDB.

Beispiel 22

50

60

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

30,1 Gewichtsteile einer Mischung aus 90 Gew.-% ** Knapsack Phosphorsäureester MDE und 10 Gew.-% ** Knapsack Reinigerkomponente MS.

55

Beispiel 23

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

30,1 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MDE und 20 Gew.-% *Knapsack Reinigerkomponente MS.

Beispiel 24

68 Gewichtsteile Maprenal MF 920

29,3 Gewichtsteile einer Mischung aus 70 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MDE und 30 Gew.-% *Knapsack Reinigerkomponente MS.

Eine Wiederholung der Beispiele 13 bis 24 mit 60 Gewichtsteile Maprenal VMF 3921 w anstatt 68 Gewichtsteile Maprenal MF 920 lieferte analoge Ergebnisse.



Beispiel 25

60 Gewichtsteile [®] Maprenal MF 3921 w 27 Gewichtsteile [®] Knapsack Phosphorsäureester MDE 7 Gewichtsteile [®] Knapsack Phosphorsäureester MDIP.	5
Beispiel 26	
60,0 Gewichtsteile [®] Maprenal MF 920 24,0 Gewichtsteile [®] Knapsack Phosphorsäureester MDE 6,0 Gewichtsteile [®] Knapsack Phosphorsäureester MDIP 3,0 Gewichtsteile [®] Aerosil R 816 7,0 Gewichtsteile [®] Mistrofil 500.	10
Beispiel 27	15
60 Gewichtsteile [®] Maprenal MF 920 27,1 Gewichtsteile [®] Knapsack Phosphorsäureester MDE 6,8 Gewichtsteile [®] Knapsack Phosphorsäureester MDIP 0,6 Gewichtsteile [®] Knapsack Phosphorsäureester 122 3,0 Gewichtsteile [®] Aerosil R 816 7,2 Gewichtsteile [®] Mistrofil 500.	20
Beispiel 28	
60 Gewichtsteile [®] Maprenal VMF 3921 w 34,5 Gewichtsteile einer Mischung aus 75 Gew% [®] Knapsack Phosphorsäureester MDE und 25 Gew% [®] Knapsack Phosphorsäureester MDIP.	25
Beispiel 29	30
80 Gewichtsteile [®] Maprenal VMF 3921 w 44,6 Gewichtsteile einer Mischung aus 85 Gew% [®] Knapsack Phosphorsäureester MDE und 15 Gew% [®] Knapsack Phosphorsäureester MDIP.	35
Beispiel 30	33
80 Gewichtsteile [®] Maprenal VMF 3921 w 46,5 Gewichtsteile einer Mischung aus 70 Gew% [®] Knapsack Phosphorsäureester MDE und 30 Gew% [®] Knapsack Phosphorsäureester MDIP 9,6 Gewichtsteile [®] Mistrofil 500 4 Gewichtsteile hochdisperse Kieselsäure.	40
Weitere Beispiele für die erfindungsgemäße intumeszierende flammhemmende Überzugsmasse finden sich in den Tabellen 1 bis 11. Mit allen Rezepturen wurde in der Brandprüfung B1 bzw. B2 erreicht.	45
	50
	55
	60
	"





Bestandteile	Gewichtsteile			
	Beispiel 31	Beispiel 32	Beispiel 33	
®Maprenal VMF 3921 w	80	80	80	
MDE: MDIP *)	44,6	44,7	44,1	
85 : 15				
®Mistrofil 500	8	9,2	10,4	

*) MDE: MDIP bedeutet:

85:15

Mischung aus 85 Gew.-% ®Knapsack Phosphorsäureester MDE und 15 Gew.-% ®Knapsack Phosphorsäureester MDIP. Diese Schreibweise gilt ent-

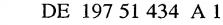
sprechend für die nachfolgenden Tabellen.

Tabelle 2

30	Bestandteile	Gewichtsteile				
		Beispiel 34	Beispiel 35	Beispiel 36		
	®Maprenal MF 920	75	80	80		
35	MDE : MDIP	37,5	40	40		
	80 : 20					
40	®Mistrofil 500	13,5	17	20,8		

Tabelle 3

Bestandteile	Gewichtsteile			
	Beispiel 37	Beispiel 38	Beispiel 39	
®Maprenal VMF 3921 w	60	60	60	
MDE : MDIP	34,5	34,5	34,5	
75 : 25	•			
®Mistrofil 500	7,8	6	6,9	





Bestandteile	Gewichtsteile					
	Beisp.	Beisp.	Beisp.	Beisp.	Beisp.	Beisp.
	40	41	42	43	44	45
®Maprenal VMF 3921 w	50	80	80	75	75	60
MDE : MDIP 80 : 20	28,3	46	46	42,4	42,3	33,5
®Mistrofil 500	6,5	8	9,2	12,7	15,2	17,5

Tabelle 5

Bestandteile	Gewichtsteile				
	Beispiel 46	Beispiel 47	Beispiel 48	Beispiel 49	
®Maprenal VMF 3921 w	80	80	80	80	
MDE : MDIP 80 : 20	45,4	45,3	45,2	45,2	
hochdisperse Kieselsäure	4 6 ®CAB-O-SIL TS 530		8 ®Aeros	10 il OX-50	

In dieser Versuchsreihe wurde als hochdisperse Kieselsäure CAB-O-SIL TS 530 (Fa. CABOT, Hanau) verwendet. Erfolgreich eingesetzt wurde ebenso ®Aerosil OX-50 (pyrogene Kieselsäure der Fa. Degussa AG).

Beispiel 50

90 Gewichtsteile Maprenal VMF 3921 w

45,15 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MDE und 20 Gew.-% *Knapsack 45 Reinigerkomponente MIS

11,7 Gewichtsteile *Mistrofil 500 0,9 Gewichtsteile *Knapsack Phosphorsäureester 122.



Bestandteile Gewichtsteile		steile
	Beispiel 51	Beispiel 52
®Plastopal BTW	60	60
MDE : MDIP	31	30,4
80 : 20		
®Mistrofil 500	7,9	6,8
®Knapsack Phosphorsäureester 122	0,6	0,2

Tabelle 7

25	Bestandteile	Gewichtsteile	
		Beispiel 53	Beispiel 54
	®Maprenal VMF 3921 w	90	90
30	MDE : MIS	45	45
	80 : 20		
35	®Knapsack Phosphorsäureester 122	0,9	0,9
	hochdisperse Kieselsäure	9	10,8
	®Aerosil OX 50		
40			

Tabelle 8

Γ	Bestandteile	Gewichtsteile	
50		Beispiel 55	Beispiel 56
	®Maprenal VMF 3921 w	80	80
	MDE : MDIP	45,2	45,5
55	80 : 20		
	®Mistrofil 500	9,6	8
60	hochdisperse Kieselsäure	4,0	4,8
	®Aerosil R 972		
ر در ا			





Tabelle 9

Bestandteile	Gewichtsteile .			
	Beispiel 57	Beispiel 58	Beispiel 59	Beispiel 60
®Maprenal VMF 3921 w	75	75	75	75
MDE : MDIP	42,6	42,5	42,4	42,5
80 : 20				
®Knapsack Phosphorsäu-	0,5	0,5	0,5	0,5
reester 122				
hochdisperse	7,5	9	5,6	7,5
Kieselsäure				
	®Aerosil OX-50 ®CAB-O-SIL L90			-SIL L90

Tabelle 10

Bestandteile	Gewichtsteile				
	Beispiel 61	Beispiel 62	Beispiel 63	Beispiel 64	
®Maprenal VMF3921 w	75	80	80	80	
MDE : MDIP 80 : 20	42,4	40	45,2	42,4	
®Mistrofil 500	6,8	.9,6	9,6	6.8	
®Knapsack Phosphorsäureester 122	0,5	0,6	1,8	0,5	
hochdisperse	3	4	4	3	
Kieselsäure	®CAB-O-SIL L90	®Aerosil R 972	®Aerosil R 972	®CAB-O-SIL L90	

Eine Wiederholung der Beispiele 61 bis 64 mit Maprenal MF 920 anstatt Maprenal VMF 3921 w lieferte analoge Ergebnisse.



	Bestandteile	Gewichtsteile	
5		Beispiel 65	Beispiel 66
	®Maprenal VMF 3921 w	90	90
10	MDE : MIS 80 : 20	45	45
	®Mistrofil 500	8	9
15	®Knapsack Phosphorsäu- reester 122	1	1
20	hochdisperse	3,6	5,2
•	Kieselsäure	®Aerosil R 972	®Aerosil R 972
25			

Beispiel 67

- 30 80 Gewichtsteile Maprenal VMF 3921 w
 - 45,2 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew.-% **Knapsack Phosphorsäureester MDE und 20 Gew.-% **Knapsack Phosphorsäureester MDIP
 - 4 Gewichtsteile Titandioxid (*Kronos 2300).

Beispiel 68

- 80 Gewichtsteile Maprenal VMF 3921 w
- 45,2 Gewichtsteile einer Mischung aus 80 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MDE und 20 Gew.-% *Knapsack Phosphorsäureester MDIP
- 40 0,9 Gewichtsteile *Knapsack Phosphorsäureester 122
 - 4 Gewichtsteile Titandioxid (*Kronos 2300).

Die nach Beispiel 67 und 68 erhaltenen Überzugsmassen sind glatt, weiß und rißfrei.

Patentansprüche

- 1. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen, enthaltend
- 10 bis 150 Gewichtsteile einer wäßrigen Kunstharzdispersion und
- 10 bis 80 Gewichtsteile einer Mischung aus mindestens zwei verschiedenen Phosphorsäurepartialestern.
- Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie
 - 50 bis 90 Gewichtsteile einer wäßrigen Kunstharzdispersion,
 - 20 bis 60 Gewichtsteile einer Mischung aus mindestens zwei verschiedenen Phosphorsäurepartialestern und 1 bis 80 Gewichtsteile weitere Inhaltsstoffe
 - enthalten.

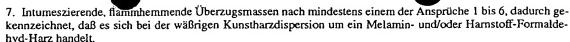
35

45

50

55

- 3. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine Mischung aus 3 verschiedenen Phosphorsäurepartialestern enthalten.
- 4. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine Mischung aus 4 verschiedenen Phosphorsäurepartialestern enthalten.
- 5. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischung der 4 verschiedenen Phosphorsäurepartialester aus
 - a) einer Mischung aus einem Phosphorsäuremonoalkylester und einem Phosphorsäuredialkylester mit gleicher Alkylgruppe und
 - b) einer Mischung aus einem Phosphorsäuremonoalkylester und einem Phosphorsäuredialkylester mit gleicher, aber zu a) unterschiedlicher Alkylgruppe
- 65 besteht.
 - 6. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei der wäßrigen Kunstharzdispersion um eine stickstoffhaltige Kunstharzdispersion handelt.



8. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei der wäßrigen Kunstharzdispersion um ein verethertes Melamin- und/oder Harnstoff-Formaldebyd-Harz handelt.

5

20

35

40

45

50

55

60

65

Formaldehyd-Harz handelt.

9. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den weiteren Inhaltsstoffen um Dispergiermittel, Füllstoffe, Härter, Thixotropierungsmittel, Weichmacher, Säurespender, weitere Flammschutzmittel, Oberflächenhilfsmittel und/oder Binder handelt.
10. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den weiteren Inhaltsstoffen um Thixotropierungsmittel und/oder Füllstoffe handelt.
11. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den Phosphorsäurepartialestern um solche der Formel

 $\begin{array}{c}
O-R^1\\
O=P-OH\\
O-R^2
\end{array}$

handelt, in der R¹ und R² gleich oder verschieden sind und H, CH₃, C₂H₅, C₃H₇, C₄H₉, C₅H₁₁, C₆H₁₃, C₈H₁₆ und/oder CH₂-CH₂-OH, und R¹ und R² nicht gleichzeitig Wasserstoff bedeuten.

12. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß ihr Phosphorgehalt nach der Aushärtung 1 bis 15 Gew.-% beträgt.

13. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmassen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß ihr Phosphorgehalt nach der Aushärtung 5 bis 10 Gew.-% beträgt.

14. Intumeszierende, flammhemmende Überzugsmasse nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß sie nach Auftragen und Trocknung transparent ist.

15. Verwendung der Überzugsmassen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 14 zur Herstellung von Beschichtungen auf Gegenständen aus Holz, Kunststoffen, Baustoffen, Cellulosematerialien, Gummi und Metall und zur Imprägnierung von Textilien und Ledern.

- Leerseite -